



全固体電池電解質の組成評価

宮田 康史¹, 内藤 正美²
1 名古屋市工業研究所, 2 シーズテクノ株式会社

キーワード：全固体リチウムイオン電池, 結晶性評価, X線回折測定

1. 背景と研究目的

携帯機器用電源として広く普及しているリチウムイオン電池(LIB)は、最近では電気自動車や産業用途など幅広く応用が検討されている。LIB は正極活物質、電解質、負極活物質から構成され、Li+が電極間を行き来することで電池反応が進行する。現在、広く利用されている LIB は電解質に非プロトン性有機溶媒にリチウム塩を溶解した電解質溶液が使われている。この液体電解質を固体化して、耐熱性を向上させ、コンパクトかつ安全性に優れた LIB の実現にむけて全固体 LIB の開発を目的としている。

全固体 LIB は、薄膜の積層体で構成している。負極を CVD で結晶化炭素を作製し、スパッタ法で固体電解質(窒素ドープ、リン酸リチウム)を続いて正極としてマンガン酸リチウムを作製している。最後に電極を形成する。得られた全固体 LIB は 500 回程度の充放電試験を行い電池特性を確認している。

今回は作製した炭素負極の X 線回折測定を行い結晶配向性を検討した。さらに全固体 LIB の充放電オペランド測定の前準備として電池状態での X 線回折測定を行った。



Fig1. 全固体 LIB の断面図

2. 実験内容

測定試料である炭素負極は炭素材料用 CVD 装置を用いてステンレス基板上に作製した。結晶配向性が高いグラファイト結晶を CVD 成膜にて行い負極とした。この上にリン酸リチウムを固体電解質として、マンガン酸リチウムを正極としてスパッタ法にて成膜した。さらに金薄膜を正極上に作製して LIB 電池化を行った。電池構成を Fig.1 に示した。グラファイト成膜試料については $2\theta = 6^\circ \sim 50^\circ$ 、全固体 LIB については、 $2\theta = 6^\circ \sim 50^\circ$ の範囲で X 線回折測定を行った。

3. 結果および考察

Fig2 に CVD 成膜によるグラファイト結晶の測定結果を示す。市販の粒状グラファイト粉の測定結果も合わせて示した。CVD 成膜試料では 24° 付近の (002) 面反射ピークは弱いのにに対し、 44° 付近の (101) 面ピークが強く観測された。これは成膜グラファイトが c 軸配向していることを示している。

Fig3 には作製した全固体 LIB での測定結果を示した。再表面の電極である金薄膜のピークが強く確認された。最下層の負極であるグラファイト結晶も Fig.2 と同じ位置にピークが確認され、作製した全固体 LIB の各層全てを観察することができた。今後はこの全固体 LIB に対し、充放電を行いながら結晶構造の変化の有無を検討する予定である。

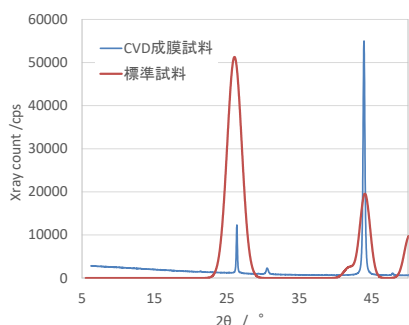


Fig2. 負極 (グラファイト) の測定結果

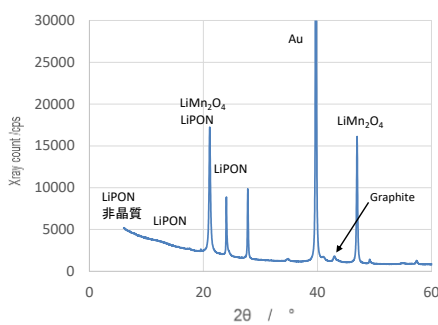


Fig3. 全固体 LIB 電池一体での測定結果